

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
17. Januar 2002 (17.01.2002)

PCT

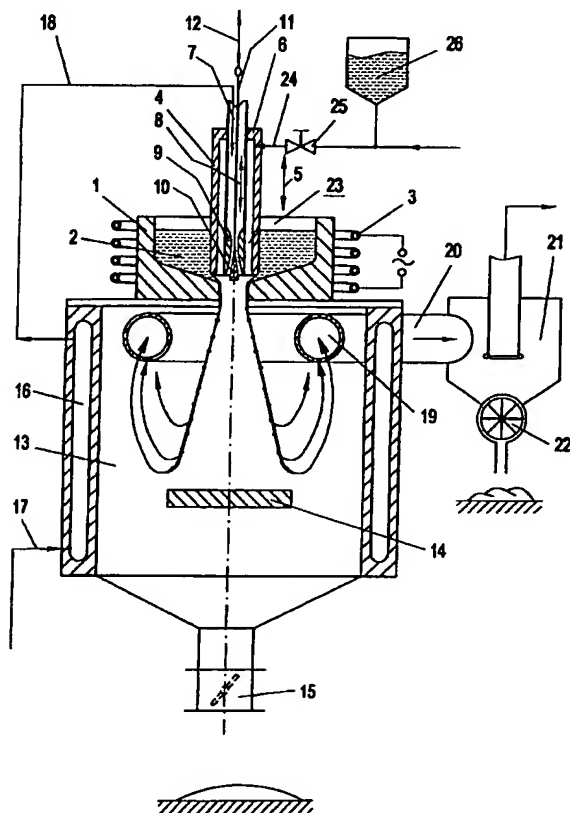
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/04154 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **B22F 9/08, C21B 3/08**
- (21) Internationales Aktenzeichen: **PCT/AT01/00225**
- (22) Internationales Anmeldedatum:
6. Juli 2001 (06.07.2001)
- (25) Einreichungssprache: **Deutsch**
- (26) Veröffentlichungssprache: **Deutsch**
- (30) Angaben zur Priorität:
A 1169/2000 7. Juli 2000 (07.07.2000) **AT**
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **TRIBOVENT VERFAHRENTWICKLUNG GMBH [AT/AT]; Brunnenfelderstrasse 59, A-6700 Lorüns (AT).**
- (72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **EDLINGER, Alfred [AT/AT]; Dälmaweg 13, A-6780 Bartholomäberg (AT).**
- (74) Anwalt: **HAFFNER, Thomas, M.; Schottengasse 3a, A-1014 Wein (AT).**
- (81) Bestimmungsstaaten (national): **AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,**

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: **METHOD AND DEVICE FOR ATOMIZING MOLTEN METALS**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM ZERSTÄUBEN VON METALLSCHMELZEN**



(57) Abstract: The invention relates to a method for atomizing molten metals. According to said method, the liquid molten metal bath is atomized from a tundish using a propellant gas via an outlet with gas into a refrigerated chamber or onto a surface to be coated to compact the reduced particles. The liquid molten metal is introduced via an annular gap into the outlet, in which hot gas with a temperature of between 250° C and 1300° C and a supercritical pressure of between 2 and 30 bar is ejected concentrically in relation to the outlet, by means of a Laval nozzle. The hot gas is brought into contact with the molten metal bath by a component that is directed radially outwards, or by a torsion whose speed is greater than the speed of sound. The device for carrying out said method has a molten metal tundish (1), an immersion pipe (4) that is immersed in the molten metal (2) and that forms an annular gap that surrounds the outlet for the molten metal (2) and a lance (7) for ejecting the propellant gas. The lance (7), whose height can be adjusted bears a Laval nozzle (9).

(57) Zusammenfassung: Bei einem Verfahren zum Zerstäuben von Metallschmelzen, bei welchem das flüssige Metallbad aus einem Tundish über eine Auslassöffnung mit Gas in einen Kühlraum oder unter Kompaktieren der zerkleinerten Teilchen auf eine zu beschichtende Fläche mit Treibgas versprüht wird, wird die flüssige Metallschmelze über einen Ringspalt in die Auslassöffnung eingebracht, in welche konzentrisch zur Öffnung Heissgas mit Temperaturen von 250° C bis 1300° C und einem

überkritischen Druck zwischen 2 und 30 bar

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 02/04154 A1



CU, CZ, DE, DK, DM, ~~DZ~~, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, ~~TR~~,
OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK,

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

über eine Lavaldüse ausgestossen wird. Das Heissgas wird mit einer radial nach aussen gerichteten Komponente oder mit einem Drall mit die Schallgeschwindigkeit übersteigender Geschwindigkeit mit dem Schmelzbad in Kontakt gebracht. Die Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens weist einen Schmelzentundish (1) und ein in die Schmelze (2) unter Ausbildung eines die Austrittsöffnung für die Schmelze (2) umgebenden Ringspaltes eintauchendes Tauchrohr (4) und eine Lanze (7) für den Ausstoss von Treibgas auf, wobei die höhenverstellbare Lanze (7) eine Lavaldüse (9) trägt.

Verfahren und Vorrichtung zum Zerstäuben von Metallschmelzen

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Zerstäuben von Metallschmelzen, bei welchem das flüssige Metallbad aus einem Tundish über eine Auslaßöffnung mit Gas in einen Kühlraum oder unter Kompaktieren der zerkleinerten Teilchen auf eine zu beschichtende Fläche mit Treibgas versprüht wird sowie auf eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

10 Zur Erzielung von dichten Beschichtungen aus Metallen wurde bereits vorgeschlagen, derartige Metalle aus einem Schmelzbad mittels Treibgasen auf eine zu beschichtende Fläche bzw. ein Target auszustoßen, wobei die noch schmelzflüssigen Tröpfchen beim Auftreffen auf die zu beschichtende Fläche oder das Target
15 (Substrat) erstarren und auf diese Weise eine entsprechende Verdichtung bzw. Kompaktierung der Beschichtung erzielt wird. Beim Zerstäuben von schmelzflüssigen Metallen mit Treibgasen wird in der Regel ein inerter Treibgasstrahl mit Umgebungstemperatur eingesetzt, wobei die bekannten Verfahren durchwegs einen relativ hohen Treibgasbedarf und in der Regel auch einen relativ hohen Treibgasdruck voraussetzen. Für die Zerstäubung und das Kompaktieren von derartigen zerstäubten Metallpartikeln sind eine Reihe von Düsengeometrien vorgeschlagen worden. Die Wirtschaftlichkeit derartiger Verfahren war aber regelmäßig durch
20 die erforderliche Treibgasmenge und den erforderlichen Treibgasdruck wesentlich bestimmt.

Die Erfindung zielt nun darauf ab ein Verfahren der eingangs genannten Art zu schaffen, mit welchem es gelingt flüssige Metalle unter wesentlicher Verringerung der erforderlichen Treibgasmenge effizient und mit wesentlich kleiner bauenden Einrichtungen zu zerstäuben, wobei gleichzeitig eine wesentlich feinere Zerstäubung erzielt werden soll und die Möglichkeit geboten werden soll, in die zerstäubte Metallschmelze auch weitere Komponenten einzubauen. Zur Lösung dieser Aufgabe besteht das erfindungsgemäße Verfahren im wesentlichen darin, daß die flüssige Metallschmelze über einen Ringspalt in die Auslaßöffnung ein-
30
35

gebracht wird, in welche konzentrisch zur Öffnung Heißgas mit Temperaturen von 250° C bis 1300° C und einem überkritischen Druck zwischen 2 und 30 bar über eine Lavaldüse ausgestoßen wird, und daß das Heißgas mit einer radialen, nach außen gerichteten Komponente oder mit einem Drall mit der Schallgeschwindigkeit übersteigender Geschwindigkeit mit dem Schmelzbad in Kontakt gebracht wird. Dadurch, daß abweichend von den bekannten Verfahren Heißgase bei Temperaturen von 250° C bis 1300° C und einem überkritischen Druck zwischen 2 und 30 bar zum Einsatz gelangt, wird die Viskosität des Treibgases wesentlich gegenüber bekannten Verfahren erhöht, wodurch Scherkräfte effizienter zur Wirkung gelangen und eine feinere Zerteilung der Metallschmelze in besonders kleine Teilchen mit einem Durchmesser d_{50} von unter 10 μ m erzielt werden. Gleichzeitig gelingt es den Treibgasverbrauch gegenüber der Verwendung von Treibgasen mit den üblichen niederen Temperaturen auf 1/3 bis auf 1/5 zu reduzieren, wodurch sich wesentliche Vorteile im Bezug auf die Wirtschaftlichkeit bei der Metallzerstäubung ergeben. Ein weiterer Vorteil besteht darin, daß aufgrund der geringeren Temperaturdifferenz die Metallschmelze nicht im Schmelzenauslauf einfriert. Dadurch, daß die flüssige Schmelze über einen Ringspalt in die Auslaßöffnung eingebracht wird, wird die Möglichkeit geschaffen durch entsprechende Verstellung dieses Ringspaltes den Zustrom der flüssigen Schmelze, und damit die in der Zeiteinheit durchgesetzte Menge, in einfacher Weise zu beeinflussen und dadurch, daß das Treibgas nun konzentrisch zur Auslaßöffnung eingebracht wird, wird die Möglichkeit geschaffen denjenigen Bauteil, welcher den Ringspalt bestimmt, als zweites konzentrisches Rohr, als Saugrohr für das Ansaugen von weiteren Stoffen heranzuziehen. Dadurch, daß das Heißgas mit einer radialen, nach außen gerichteten Komponente oder mit einem Drall mit der Schallgeschwindigkeit übersteigender Geschwindigkeit mit dem Schmelzbad in Kontakt gebracht wird, was insbesondere dadurch gelingt, daß der Ausstoß unter einem überkritischen Druck über eine Lavaldüse erfolgt, gelingt es bei geringer Treibgasmenge hohe Scherkräfte zu übertragen, wobei durch die rasche Abbremsung des aufgrund der höheren Temperaturen höher viskosen Treibgasstrahles beim

Auftreffen auf die Metallschmelze eine besonders effiziente und rasche Zerteilung bewirkt wird. Dadurch, daß das Heißgas im Inneren des Schmelzemanfels ausgestoßen und mit einer radial nach außen gerichteten Komponente mit dem Schmelzbad in Kontakt
5 gebracht wird, wird ein Hindurchtreten von Gas durch den Schmelzemanfel und damit ein Aufreißen des Schmelzemanfels erzwungen. Ein ganz wesentlicher Vorteil ist hierbei die Ausbildung von Monokorn-Pulver, dessen Entstehung durch das radiale Aufreißen des hohlzylindrischen Schmelzemanfels begünstigt wird.
10 Beim radialen Aufreißen des Schmelzemanfels kommt es dabei zu einer gleichmäßigen Ligamentbildung in radialer Richtung und in der weiteren Folge zu einer überaus gleichmäßigen Tröpfchenbildung. Das Monokorn-Pulver eignet sich hervorragend für den Einsatz in der Pulvermetallurgie.

15 Die Strömungsverhältnisse des über die Lavaldüse ausströmenden Heißgases können auch derart eingestellt werden, daß ein unterexpandierter Treibstrahl entsteht. Dadurch kommt es in der Folge zu Druckstößen im Bereich der Mach'schen Knoten, wobei zwischen
20 derartigen Mach'schen Knoten Expansionsvolumina liegen. Durch Schwingungsinterferenzen im Strahl werden Scherbeanspruchungen in die Schmelzetröpfchen eingeleitet, wobei die Frequenz bei zunehmend überkritischen Bedingungen entsprechend erhöht wird, wodurch sich der Abstand der Mach'schen Knoten in Achsrichtung
25 des Treibgasstrahles entsprechend verringert. Der Umstand, daß ein unterexpandierter Strahl ausgestoßen wird, führt zu einer unmittelbaren Expansion nach dem Austritt aus der Düse. Der Abstand zu einer zu beschichtenden Fläche kann bei einer derartigen Ausbildung überaus kurz gewählt werden, sodaß mit klein-
30 bauenden Einrichtungen das Auslangen gefunden wird. Mit Vorteil wird das Heißgas hierbei über einen Leitkörper ausgestoßen, sodaß durch geeignete Verstellung des Leitkörpers der wirksame Austrittsquerschnitt der Lavaldüse an die jeweiligen Erfordernisse angepaßt werden kann. Die Verwendung eines Leitkörpers
35 dient auch dazu, dem ausströmenden Heißgas eine entsprechende zusätzliche, radial nach außen gerichtete Strömungskomponente und/oder einen Drall zu erteilen.

Mit Vorteil wird das erfindungsgemäße Verfahren so durchgeführt, daß eine Lanze mit der Lavaldüse für das Heißgas konzentrisch in einem Rohr unter Ausbildung eines Ringraumes geführt ist und daß
5 über den Ringraum reaktive Gase, wie z.B. CO, H₂, O₂ oder H₂O-Dampf, und/oder Inertgase, wie z.B. N₂ oder Ar, und/oder Carbide, wie z. B. WC, TiC oder VC, angesaugt werden. Das die Lanze mit der Lavaldüse umgebende Rohr definiert mit seiner Unterkante den geforderten Ringspalt für den Zutritt der flüssigen Metall-
10 schmelze, und es wird gleichzeitig zwischen der Lanze und dem Rohr ein Ringraum für die Ansaugung von reaktiven Gasen und/oder Inertgasen ausgebildet. Eine derartige Ausbildung ermöglicht eine bevorzugte Verfahrensführung, bei welcher in den angesaugten Gasstrom Metallpulver oder Zusätze wie z.B. SiC, Al₂O₃ oder
15 Y₂O₃ und/oder Carbide aufgegeben werden, wodurch mit einer besonders einfachen konstruktiven Ausbildung der Vorrichtung ein hohes Maß an Einstellbarkeit des Zerstäubungsverfahrens an unterschiedliche Bedürfnissen sichergestellt wird.

20 Die Strahlungswärme der mit dem heißen Treibgas ausgestoßenen Metallschmelze, welche beim Ausstoß wirkungsvoll zerstäubt wird, kann zur Erwärmung des Heißgases herangezogen werden, wofür vorzugsweise so vorgegangen wird, daß das Heißgas in einem die ausgestoßenen Schmelzpartikel umgebenden Wärmetauscher erhitzt
25 wird.

Aufgrund der Verwendung von Heißgas werden, wie eingangs bereits ausgeführt, besonders kleine Teilchen gebildet, und es bildet sich neben einer abwärts gerichteten Strömung im Kühlraum eine
30 vortexartige auswärts gerichtete Strömung von Feinstteilchen aus. Diese Feinstteilchen werden neuerlich in den abwärts gerichteten Strom der zerstäubten Schmelze angesaugt und dienen dort teilweise der raschen Abkühlung der zerstäubten Schmelze. Um nun den Anteil der Feinstteilchen, welche zur Kühlung wirksam
35 sind, aber einer effizienten Zerkleinerung der Teilchen teilweise entgegenstehen zu verringern, und insbesondere um sicherzustellen, daß derartige Feinstteilchen nicht im Bereich der

Auslaßöffnung bzw. Mündung des Tundish zu Anwachsungen führt, wird mit Vorteil so vorgegangen, daß im Kühlraum aufsteigende Feinstpartikel der erstarrten Schmelze unterhalb der Mündung des Schmelzstromes abgesaugt und über eine Schleuse ausgetragen werden. Durch die Möglichkeit über den Ringraum zusätzliche feste Stoffe, wie beispielsweise Siliziumcarbid, Al_2O_3 oder Y_2O_3 , als feines Pulver anzusaugen, lassen sich auch Metal-Matrix-Compound-Werkstoffe sowie Keramik-Metall-Verbundwerkstoffe, und damit besonders verschleißfeste Beschichtungen erzielen. Im Vergleich zu komplex aufgebauten diskreten Sprühdüsen kann mit einer einzigen Lavaldüse mit nachgeschaltetem Leitkörper, über welchen lediglich das heiße Treibgas ausgestoßen wird, bei wesentlich geringerem Treibstoffbedarf all diesen Aufgabenstellungen Rechnung getragen werden, wofür im einzelnen lediglich eine entsprechende Verstellbarkeit des Rohres zur Einstellung des Ringspaltes und eine entsprechende Wahl der angesaugten Gase erforderlich ist. Zusätzlich kann durch eine entsprechende axiale Verstellbarkeit der Heißgasdüse oder des Leitkörpers bzw. durch einen entsprechenden Austausch des Leitkörpers die gewünschte Strahlgeometrie in einfacher Weise beeinflußt werden und an die gewählten Stoffe angepaßt werden. Insgesamt gelingt mit der erfindungsgemäßen Verfahrensführung eine effiziente Zerstäubung aller möglichen Metallschmelzen, wobei auch eine Zerstäubung von Legierungen und insbesondere Ferrolegierungen wie beispielsweise FeV, FeCr, FeW, FeTi oder FeMo gelingt.

Gemäß einer bevorzugten Verfahrensführung kann im Tundish ein Druck von 1,5 bis 25 bar aufrechterhalten werden, wobei bevorzugt im Kühlraum ein Druck von 1,5 bis 10 bar aufrechterhalten wird. Durch Einhaltung dieser Druckwerte kann eine druckgasgesättigte Schmelze erzielt werden, wobei als Druckgas beispielsweise Argon zum Einsatz gelangen kann. Die druckgasgesättigte Schmelze führt zu einer leichteren Desintegration, sodaß insgesamt eine feinere Zerstäubung möglich ist. Die Gas-einbringung kann mittels Tundish-Bodendüsen oder über eine eintauchende Lanze vorgenommen werden.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens weist einen Schmelzentundish und ein in die Schmelze unter Ausbildung eines die Austrittsöffnung für die Schmelze umgebenden Ringspaltes eintauchendes Tauchrohr auf, wobei weiters
5 eine Lanze für den Ausstoß von Treibgas vorgesehen ist. Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist hiebei im wesentlichen dadurch gekennzeichnet, daß die höhenverstellbare Lanze eine Lavaldüse trägt, wobei bevorzugt im oder in Strömungsrichtung anschließend
10 an den sich erweiternden Mündungsbereich der Lavaldüse ein Leitkörper höhenverstellbar angeordnet ist, wobei der lichte Querschnitt zwischen der Düse und dem Leitkörper in axialer Richtung zum Austrittsende zunehmend und größer als der engste Querschnitt der Lavaldüse ausgebildet ist. Der im oder in Strömungsrichtung anschließend an den sich erweiternden Mündungsbereich der Lavaldüse vorgesehene Leitkörper kann durch seine Höhenverstellbarkeit entsprechend zur Minimierung des Treibgasverbrauches verstellt werden, wobei zur Erzielung der gewünschten Überschallgeschwindigkeit lediglich dafür Sorge getragen
15 werden muß, daß der lichte Querschnitt zwischen der Innenwand der Lavaldüse und dem Leitkörper in axialer Richtung zum Austrittsende immer größer als der engste Querschnitt der Lavaldüse und in Achsrichtung zunehmend ausgebildet ist. Die Anordnung eines Leitkörpers ist jedoch nicht unbedingt erforderlich, und
20 es hat sich gezeigt, daß auch ohne Leitkörper eine effiziente Zerstäubung gelingt, wobei besonders gute Ergebnisse erreicht wurden, wenn, wie es einer bevorzugten Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung entspricht, die Lanze unterhalb der Unterkante des Tauchrohres in der Austrittsöffnung des Tundish mündet. Die Lanze ist zu diesem Zweck höhenverstellbar angeordnet.
30

Zur Erzielung eines entsprechenden Ringraumes zur Ansaugung von zusätzlichen Komponenten ist die Ausbildung mit Vorteil so getroffen, daß der Außendurchmesser der Lanze kleiner als der
35 lichte Durchmesser des Tauchrohres ausgebildet ist und die Lanze dichtend durch einen Deckel des Tauchrohres geführt ist und daß

an den die Lanze umgebenden Raum des Tauchrohres eine Leitung für die Zufuhr von Gasen oder/oder reaktivem Metallpulver und/oder Zusätzen mündet. In der Leitung für die Zufuhr von Gasen und/oder reaktivem Metallpulver kann hierbei ein einstellbares Drosselventil vorgesehen sein, sodaß gegebenenfalls der Raum zwischen Lanze und dem Tauchrohr unter einem entsprechenden Unterdruck gehalten werden kann, wodurch zusätzlich auch pulsierende Strömungen erzielt werden können. Das Ventil kann aber auch vollständig geschlossen bleiben.

10

Mit Vorteil ist der Leitkörper als Kegel mit am Mantel angeordneten Leitflächen ausgebildet. Eine ausgeprägte radiale Komponente läßt sich mit einem derartigen Leitkörper dann erzielen, wenn, wie es einer bevorzugten Ausbildung entspricht, die Leitflächen S-förmig gekrümmt verlaufen und in Umfangsrichtung mit jeweils gleichem Winkel an die Tangente des Grundkreises des kegelförmigen Körpers gerichtet enden.

15

Die Erfindung wird nachfolgend anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispieles einer für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens geeigneten Vorrichtung näher erläutert.

20

In Fig. 1 ist mit 1 ein im Querschnitt dargestellter Schmelztundish bezeichnet, in welchem ein Metallbad 2 schmelzflüssig gehalten ist. Um dieses Metallbad schmelzflüssig zu halten, kann eine induktive Heizung, wie sie schematisch durch die Wicklungen 3 angedeutet ist, vorgesehen sein.

25

In das Metallbad taucht ein Rohr 4 ein, welches zwischen dem Boden des Tundish 1 und der Unterkante des Rohres einen Ringspalt begrenzt. Dieses Rohr 4 ist in Richtung des Doppelpfeiles 5 in Höhenrichtung verstellbar, sodaß die jeweils in der Zeiteinheit aus dem Tundish 1 abfließende Metallbadmenge in einfacher Weise reguliert werden kann.

30
35

Das Rohr 4 ist mit einem Deckel 6 verschlossen, in welchem dichtet eine Lanze 7 in Richtung des Doppelpfeiles 8 in Höhenrichtung verstellbar geführt ist. Die Lanze 7 weist an ihrem Austrittsende für Heißgas eine Lavaldüse 9 auf. Wenn Heißgas unter überkritischen Bedingungen zugeführt wird, ergibt sich aufgrund dieser Ausbildung als Lavaldüse im engsten Querschnitt der Lavaldüse 9 exakt Schallgeschwindigkeit, wobei in dem nachfolgenden sich verbreiternden Querschnitt aufgrund der raschen Expansion Überschallgeschwindigkeit erreicht wird. In diesem sich erweiterenden Bereich ist nun ein Leitkörper 10 angeordnet, welcher über ein entsprechendes Gestänge 11 in Richtung des Doppelpfeiles 12, gleichfalls in axialer Richtung, verstellbar ist. Durch entsprechende Justierung des Leitkörpers kann somit die Strahlform beeinflusst werden, wobei lediglich sichergestellt werden muß, daß sich der jeweils wirksame Querschnitt im Anschluß an die engste Stelle der Lavaldüse 9 in axialer Richtung entsprechend erweitert, sodaß durch die rasche Expansion Überschallgeschwindigkeit erzielt wird.

Der Treibgasstrahl aus der Lanze 7 gelangt nun in einen nachfolgenden Kühlraum 13, in welchem beispielsweise ein Target 14 angeordnet sein kann. Der Treibgasstrahl kollidiert mit Überschallgeschwindigkeit und entsprechender Viskosität aufgrund seiner hohen Temperatur mit dem ausströmenden Metallbad, sodaß eine rasche und effiziente Zerkleinerung erfolgt, welche als Beschichtung auf das Target 14 aufgetragen werden kann. Sofern ein derartiges Target 14 nicht eingebaut ist, kann das entsprechend zerkleinerte Metallpulver über eine Schleuse 15 am unteren Ende der Kühlkammer 13 abgezogen werden. Die Strahlungswärme der erstarrten Metalltröpfchen kann in einem die Kühlkammer umgebenden Wärmetauscher 16 genutzt werden, welchem Kaltgas über eine Leitung 17 zugeführt und aus welchem Heißgas über eine Leitung 18 abgezogen wird. Sofern die auf diese Weise erzielte Temperatur für die gewünschten Zwecke ausreicht, kann dieses Heißgas über die Leitung 18 unmittelbar der Lanze 7 zugeführt werden. Eine weitere Erhitzung kann über konventionelle, in der Zeich-

nung nicht dargestellte Rekuperativwärmetauscher, erzielt werden.

Im Inneren der Kühlkammer 13 ist weiters eine Ringleitung 19
5 ersichtlich, über welche Feinstpartikel abgesaugt werden können.
Diese feinsten Partikel können über die Leitung 20 einem Sichter
21 zugeführt werden und über eine Schleuse 22 als Feinstpulver
ausgetragen werden. Die ausgetragene Menge an Feinstpulver
gelangt somit nicht mehr in die abwärts gerichtete Strömung und
10 hat somit auch keinen Einfluß auf das Erstarrungsverhalten der
durch den Treibgasstrahl zerkleinerten Tröpfchen.

Die Lanze 7 ist nun unter Freilassen eines Ringraumes 23 in Ab-
stand von der Innenwand des Rohres 4 geführt. In diesen Ringraum
15 kann über eine Leitung 24 zusätzliches Material angesaugt wer-
den, wobei hier in erster Linie reaktive Gase, wie CO, H₂, N₂,
O₂ oder im Falle, daß eine teilweise Oxidation der Metall-
partikel erwünscht wird, auch H₂O-Dampf angesaugt werden. Die
jeweils angesaugte Menge kann durch ein einstellbares Drossel-
20 ventil 25 festgelegt werden. In diese Leitung kann auch aus
einem Vorratsbehälter 26 eine Reihe von pulverförmigen und mit
einem Gasstrom fließfähigen Materialien als Dotierung angesaugt
werden. Als dispergierbare Feststoffe können hierbei in erster
Linie Metallpulver, SiC, Al₂O₃ oder auch Y₂O₃ angesaugt werden
25 und über die Leitung 24 in den Ringraum 23 eingetragen werden,
aus welchem sie über den Heißgasstrom angesaugt und in raschen
und intensiven Kontakt mit der Metallschmelze gebracht werden.

In Fig. 2 ist eine abgewandelte Ausbildung der Treibgaslanze
30 dargestellt, bei welcher die Lanze 7 unterhalb der Unterkante
des Tauchrohres 4 in der Austrittsöffnung des Tundish 1 mündet.
Die Lanze weist eine Lavaldüse 9 auf, wobei auf die Anordnung
eines Leitkörpers verzichtet werden kann. Versuche haben ge-
zeigt, daß die Zerstäubungsergebnisse umso besser sind, je
35 tiefer die Treibgasdüse in den Schmelzauslauf geschoben wird.

Als Treibgase kommen in erster Linie Inertgase, wie beispielsweise Stickstoff, Argon und Helium, in Betracht, wobei je nach Aufgabenstellung auch reaktive Gase, wie CO, H₂, gegebenenfalls vermengt mit Wasserdampf, zum Einsatz gelangen können, wenn eine
5 oxidative Zerstäubung gewünscht wird.

Als Metallschmelzen können Al-, Cu-, Fe-, Ni-, Co-, Ti-, Mg- oder Schmelzen von seltenen Erdmetallen bzw. deren Legierungen, insbesondere Co-basierte Superlegierungen eingesetzt werden. Die
10 erhaltenen Pulver eignen sich besonders für den Einsatz in der Sinter- oder Pulvermetallurgie, beispielsweise für heiß-isostatisches Pressen, aber auch als Einsatzmaterial für MIM-Prozesse (Metall-Injecting-Moulding).

Patentansprüche:

1. Verfahren zum Zerstäuben von Metallschmelzen, bei welchem das flüssige Metallbad aus einem Tundish über eine Auslaßöffnung mit Gas in einen Kühlraum oder unter Kompaktieren der zerkleinerten Teilchen auf eine zu beschichtende Fläche mit Treibgas versprüht wird, dadurch gekennzeichnet, daß die flüssige Metallschmelze über einen Ringspalt in die Auslaßöffnung eingebracht wird, in welche konzentrisch zur Öffnung Heißgas mit Temperaturen von 250° C bis 1300° C und einem überkritischen Druck zwischen 2 und 30 bar über eine Lavaldüse ausgestoßen wird, und daß das Heißgas mit einer radial nach außen gerichteten Komponente oder mit einem Drall mit der Schallgeschwindigkeit übersteigender Geschwindigkeit mit dem Schmelzbad in Kontakt gebracht wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Heißgas über einen Leitzkörper ausgestoßen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine Lanze mit der Lavaldüse für das Heißgas konzentrisch in einem Rohr unter Ausbildung eines Ringraumes geführt ist und daß über den Ringraum reaktive Gase, wie z.B. CO, H₂, O₂ oder H₂O-Dampf, und/oder Inertgase, wie z.B. N₂ oder Ar, und/oder Carbide, wie z. B. WC, TiC oder VC, angesaugt werden.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß in den angesaugten Gasstrom reaktive Metallpulver oder Zusätze wie z.B. SiC, Al₂O₃, oder Y₂O₃ aufgegeben werden.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Heißgas in einem die ausgestoßenen Schmelzpartikel umgebenden Wärmetauscher erhitzt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß im Kühlraum aufsteigende Feinstpartikel der erstarrten Schmelze unterhalb der Mündung des Schmelzestromes abgesaugt und über eine Schleuse ausgetragen werden.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß im Tundish ein Druck von 1,5 bis 25 bar aufrechterhalten wird.

5

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß im Kühlraum ein Druck von 1,5 bis 10 bar aufrechterhalten wird.

10 9. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 8 mit einem Schmelzentundish (1) und einem in die Schmelze (2) unter Ausbildung eines die Austrittsöffnung für die Schmelze (2) umgebenden Ringspaltes eintauchenden Tauchrohr (4) und einer Lanze (7) für den Ausstoß von Treibgas, dadurch
15 gekennzeichnet, daß die höhenverstellbare Lanze (7) eine Laval-düse (9) trägt.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß im oder in Strömungsrichtung anschließend an den sich erweiternden
20 Mündungsbereich der Lavaldüse (9) ein Leitkörper (10) höhenverstellbar angeordnet ist, wobei der lichte Querschnitt zwischen der Düse (9) und dem Leitkörper (10) in axialer Richtung zum Austrittsende zunehmend und größer als der engste Querschnitt der Lavaldüse (9) ausgebildet ist.

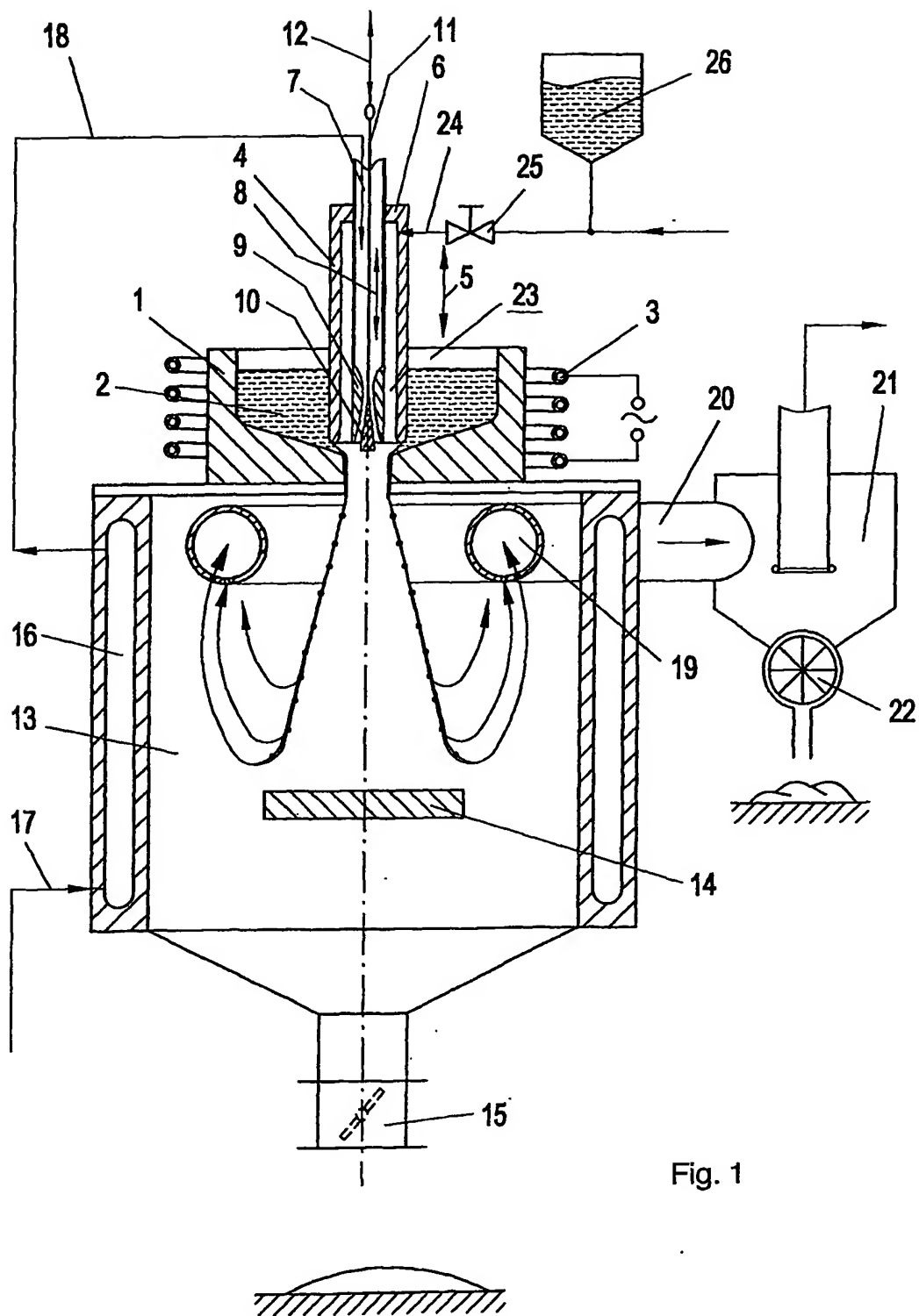
25

11. Vorrichtung nach Anspruch 9 oder 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Lanze (7) unterhalb der Unterkante des Tauchrohres (4) in der Austrittsöffnung des Tundish (1) mündet.

30 12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Außendurchmesser der Lanze (7) kleiner als der lichte Durchmesser des Tauchrohres (4) ausgebildet ist und die Lanze (7) dichtend durch einen Deckel (6) des Tauchrohres (4) geführt ist und daß an den die Lanze (7) umgebenden Raum des
35 Tauchrohres (4) eine Leitung (24) für die Zufuhr von Gasen und/oder reaktivem Metallpulver und/oder Zusätzen mündet.

13. ~~Vorrichtung nach einem der Ansprüche 10 bis 12~~, dadurch gekennzeichnet, daß der Leitzkörper (10) als Kegel mit am Mantel angeordneten Leitflächen ausgebildet ist.
- 5 14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Leitflächen S-förmig gekrümmt verlaufen und in Umfangsrichtung mit jeweils gleichem Winkel an die Tangente des Grundkreises des kegelförmigen Körpers gerichtet enden.

1/2



2/2

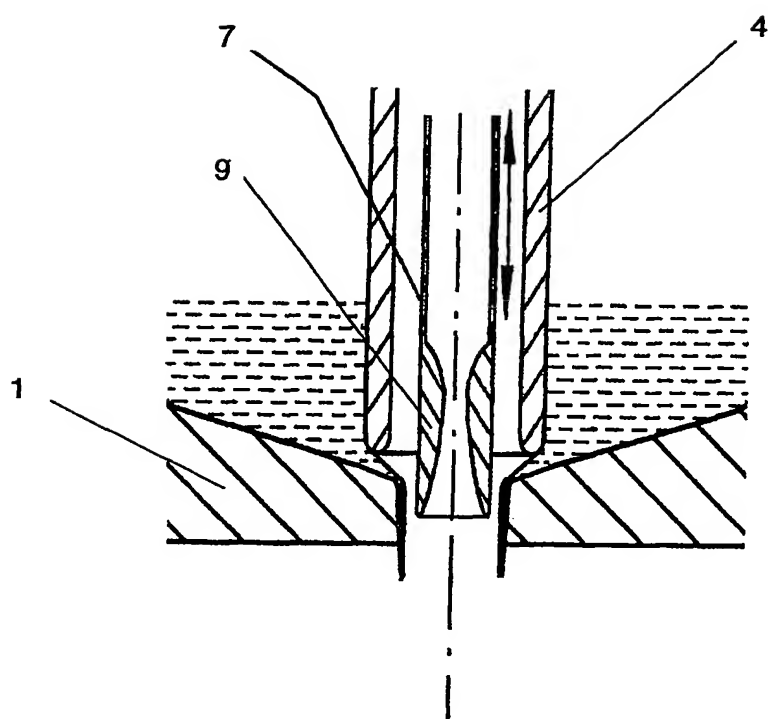


Fig. 2

national Application No
PC I/AT 01/00225

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Y | US 3 891 730 A (OTTO WESSEL) 24 June 1975 (1975-06-24) | 1 |
| A | column 2, line 4 - line 14; figures 1,5 column 2, line 55 -column 4, line 5; claim 1 | 9-12 |
| Y | US 4 671 994 A (JOE K. COCHRAN) 9 June 1987 (1987-06-09) column 6, line 40 - line 58; figure 1 column 7, line 1 - line 18 column 8, line 4 - line 8 column 11, line 29 - line 32; claims 1,14,18 | 1 |
| A | DE 40 19 563 A (MANNESMANN) 19 December 1991 (1991-12-19) claims 1,13-15; figures 1,2 | 1,9 |

-/-

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

• Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

1 October 2001

Date of mailing of the international search report

09/10/2001

Name and mailing address of the ISA
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2260 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Elsen, D

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/AT 01/00225

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| A | US 2 333 218 A (GEDEON VON PAZSICZKY) 2 November 1943 (1943-11-02) page 1, column 2, line 3 - line 21 page 2, column 1, line 6 - line 24; claim 1; figures 1,2 | 1,9 |
| A | GB 1 413 651 A (ALFRED RICHARD ERIC SINGER) 12 November 1975 (1975-11-12) page 1, line 51 - line 57; claims 1,12,13; figures 1-3 | 1,9,10 |
| A | EP 0 544 068 A (MESSER GRIESHEIM) 2 June 1993 (1993-06-02) column 2, line 8 - line 20; claim 1; figure 1 | 6 |
| A | WO 00 32306 A (HOLDERBANK FINANCIERE GLARUS) 8 June 2000 (2000-06-08) claims 1,3,5; figures 1,2 | 1,12 |
| A | EP 0 262 869 A (ALCAN INTERNATIONAL) 6 April 1988 (1988-04-06) claim 10; figure 1 | 3,4 |
| A | FR 2 137 485 A (MANNESMANN) 29 December 1972 (1972-12-29) claims 1-5; figures 1-4 | 3 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/AT 01/00225

| Patent document cited in search report | | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|-------------------------------------------|---|---------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| US 3891730 | A | 24-06-1975 | DE 2126856 A1 AT 334169 B AT 340072 A BE 784042 A1 FR 2138787 A1 GB 1398764 A IT 956231 B SE 370194 B | 23-11-1972 10-01-1976 15-04-1976 18-09-1972 05-01-1973 25-06-1975 10-10-1973 07-10-1974 |
| US 4671994 | A | 09-06-1987 | AU 7034987 A CA 1321453 A1 EP 0257088 A1 WO 8704662 A1 | 25-08-1987 24-08-1993 02-03-1988 13-08-1987 |
| DE 4019563 | A | 19-12-1991 | DE 4019563 A1 | 19-12-1991 |
| US 2333218 | A | 02-11-1943 | CH 215365 A DE 698023 C | 30-06-1941 |
| GB 1413651 | A | 12-11-1975 | NONE | |
| EP 544068 | A | 02-06-1993 | DE 4132693 A1 EP 0544068 A2 | 08-04-1993 02-06-1993 |
| WO 0032306 | A | 08-06-2000 | AT 407247 B AT 54399 A WO 0032306 A1 AU 1365600 A EP 1051238 A1 | 25-01-2001 15-06-2000 08-06-2000 19-06-2000 15-11-2000 |
| EP 262869 | A | 06-04-1988 | AU 600030 B2 AU 7886887 A BR 8704882 A CN 87106831 A ,B EP 0262869 A1 JP 63140001 A ZA 8707089 A | 02-08-1990 31-03-1988 17-05-1988 13-04-1988 06-04-1988 11-06-1988 25-05-1988 |
| FR 2137485 | A | 29-12-1972 | DE 2124199 A1 AT 309962 B BE 782045 A1 FR 2137485 A5 IT 950762 B SE 374038 B | 16-03-1972 15-07-1973 31-07-1972 29-12-1972 20-06-1973 24-02-1975 |

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 B22F9/08 C21B3/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 B22F C21B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| Y | US 3 891 730 A (OTTO WESSEL) 24. Juni 1975 (1975-06-24) | 1 |
| A | Spalte 2, Zeile 4 - Zeile 14; Abbildungen 1,5 Spalte 2, Zeile 55 - Spalte 4, Zeile 5; Anspruch 1 | 9-12 |
| Y | US 4 671 994 A (JOE K. COCHRAN) 9. Juni 1987 (1987-06-09) | 1 |
| | Spalte 6, Zeile 40 - Zeile 58; Abbildung 1 Spalte 7, Zeile 1 - Zeile 18 Spalte 8, Zeile 4 - Zeile 8 Spalte 11, Zeile 29 - Zeile 32; Ansprüche 1,14,18 | |
| A | DE 40 19 563 A (MANNESMANN) 19. Dezember 1991 (1991-12-19) Ansprüche 1,13-15; Abbildungen 1,2 | 1,9 |
| | -/- | |



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

1. Oktober 2001

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

09/10/2001

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Elsen, D

| C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN | | |
|------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|
| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
| A | US 2 333 218 A (GEDEON VON PAZSICZKY) 2. November 1943 (1943-11-02) Seite 1, Spalte 2, Zeile 3 - Zeile 21 Seite 2, Spalte 1, Zeile 6 - Zeile 24; Anspruch 1; Abbildungen 1,2 | 1,9 |
| A | GB 1 413 651 A (ALFRED RICHARD ERIC SINGER) 12. November 1975 (1975-11-12) Seite 1, Zeile 51 - Zeile 57; Ansprüche 1,12,13; Abbildungen 1-3 | 1,9,10 |
| A | EP 0 544 068 A (MESSER GRIESHEIM) 2. Juni 1993 (1993-06-02) Spalte 2, Zeile 8 - Zeile 20; Anspruch 1; Abbildung 1 | 6 |
| A | WO 00 32306 A (HOLDERBANK FINANCIERE GLARUS) 8. Juni 2000 (2000-06-08) Ansprüche 1,3,5; Abbildungen 1,2 | 1,12 |
| A | EP 0 262 869 A (ALCAN INTERNATIONAL) 6. April 1988 (1988-04-06) Anspruch 10; Abbildung 1 | 3,4 |
| A | FR 2 137 485 A (MANNESMANN) 29. Dezember 1972 (1972-12-29) Ansprüche 1-5; Abbildungen 1-4 | 3 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

ationales Aktenzeichen

rci/AT 01/00225

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | | Datum der Veröffentlichung |
|----------------------------------------------------|---|-------------------------------|-----------------------------------|---------------|-------------------------------|
| US 3891730 | A | 24-06-1975 | DE | 2126856 A1 | 23-11-1972 |
| | | | AT | 334169 B | 10-01-1976 |
| | | | AT | 340072 A | 15-04-1976 |
| | | | BE | 784042 A1 | 18-09-1972 |
| | | | FR | 2138787 A1 | 05-01-1973 |
| | | | GB | 1398764 A | 25-06-1975 |
| | | | IT | 956231 B | 10-10-1973 |
| | | | SE | 370194 B | 07-10-1974 |
| US 4671994 | A | 09-06-1987 | AU | 7034987 A | 25-08-1987 |
| | | | CA | 1321453 A1 | 24-08-1993 |
| | | | EP | 0257088 A1 | 02-03-1988 |
| | | | WO | 8704662 A1 | 13-08-1987 |
| DE 4019563 | A | 19-12-1991 | DE | 4019563 A1 | 19-12-1991 |
| US 2333218 | A | 02-11-1943 | CH | 215365 A | 30-06-1941 |
| | | | DE | 698023 C | |
| GB 1413651 | A | 12-11-1975 | KEINE | | |
| EP 544068 | A | 02-06-1993 | DE | 4132693 A1 | 08-04-1993 |
| | | | EP | 0544068 A2 | 02-06-1993 |
| WO 0032306 | A | 08-06-2000 | AT | 407247 B | 25-01-2001 |
| | | | AT | 54399 A | 15-06-2000 |
| | | | WO | 0032306 A1 | 08-06-2000 |
| | | | AU | 1365600 A | 19-06-2000 |
| | | | EP | 1051238 A1 | 15-11-2000 |
| EP 262869 | A | 06-04-1988 | AU | 600030 B2 | 02-08-1990 |
| | | | AU | 7886887 A | 31-03-1988 |
| | | | BR | 8704882 A | 17-05-1988 |
| | | | CN | 87106831 A ,B | 13-04-1988 |
| | | | EP | 0262869 A1 | 06-04-1988 |
| | | | JP | 63140001 A | 11-06-1988 |
| | | | ZA | 8707089 A | 25-05-1988 |
| FR 2137485 | A | 29-12-1972 | DE | 2124199 A1 | 16-03-1972 |
| | | | AT | 309962 B | 15-07-1973 |
| | | | BE | 782045 A1 | 31-07-1972 |
| | | | FR | 2137485 A5 | 29-12-1972 |
| | | | IT | 950762 B | 20-06-1973 |
| | | | SE | 374038 B | 24-02-1975 |